



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.17—2014

GB/T 3884.17—2014

铜精矿化学分析方法 第 17 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 胶束增溶光度法和沉淀分离- 氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 17: Determination of aluminium oxide content—
Chromazurol S spectrophotometric method and precipitation separation-
fluoride salts device- Na_2EDTA titrimetric method

中华人民共和国
国家标准
铜精矿化学分析方法
第 17 部分：三氧化二铝量的测定
铬天青 S 胶束增溶光度法和沉淀分离-
氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法
GB/T 3884.17—2014

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

书号: 155066 · 1-50544 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 3884.17—2014

2014-12-05 发布

2015-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

食子酸(3.2.3),摇动使焦性没食子酸溶解,放置 5 min。

3.4.4.4 加入 2~3 滴二甲酚橙指示剂(3.2.15),先用乙酸锌溶液(3.2.12)滴定,络合大部分过量的 EDTA,再用乙酸锌标准滴定溶液(3.2.13)滴定溶液至紫红色(不计体积)。

3.4.4.5 加入 10 mL 氟化钠饱和溶液(3.2.8),加热煮沸 3 min,取下,冷却至室温,补加 1~2 滴二甲酚橙指示剂(3.2.15),用乙酸锌标准滴定溶液(3.2.13)滴定至紫红色为终点,记录滴定时消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积。

3.5 分析结果的计算

三氧化二铝的质量分数 $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 计,按式(3)计算:

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{c \cdot (V_4 - V_5) \cdot M \cdot V_6}{m_0 \cdot V_7 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c —— 乙酸锌标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_4 —— 滴定试液消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_5 —— 滴定空白试验溶液消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_6 —— 试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_7 —— 分取试液的体积,单位为毫升(mL);

M —— 1/2 三氧化二铝的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $M(1/2 \text{Al}_2\text{O}_3) = 50.98 \text{ g/mol}$;

m_0 —— 试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后两位。

3.6 精密度

3.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 重复性限

$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} / \%$	1.24	2.40	3.40	4.78
$r / \%$	0.10	0.13	0.15	0.18

3.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5 再现性限

$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} / \%$	1.24	2.40	3.40	4.78
$R / \%$	0.15	0.19	0.22	0.25

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为 18 个部分:

- 第 1 部分:铜量的测定 碘量法;
- 第 2 部分:金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法;
- 第 3 部分:硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法;
- 第 4 部分:氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第 6 部分:铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 8 部分:锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 9 部分:砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代甲酸银分光光度法;
- 第 10 部分:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 11 部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;
- 第 13 部分:铜量的测定 电解法;
- 第 14 部分:金和银量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法;
- 第 15 部分:铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 16 部分:二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法;
- 第 17 部分:三氧化二铝量的测定 铬天青 S 胶束增溶光度法和沉淀分离-氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法;
- 第 18 部分:砷、铈、铋、铅、锌、镍、镉、氧化镁、氧化钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3884 的第 17 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位:紫金矿业集团股份有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司、北京矿冶研究总院、江西铜业股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、中条山有色金属集团有限公司。

本部分主要起草人:夏珍珠、钟翠兰、俞金生、蓝美秀、嵇河龙、刘本发、罗文、何梅、李玉琴、胡军凯、胡续一、姜求韬、姜 莉、陈元玲、马丽君、王晋平。

2.8 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面内容：

- 试样；
- 使用的标准 GB/T 3884.17—2014；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

3 方法 2 沉淀分离-氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法

3.1 方法提要

试料用氢氧化钠和过氧化钠熔融，用水浸取熔融物，其中绝大部分铜、铁、镍、钙、镁、钛等以沉淀形式过滤除去。碱熔后的样品溶液中加入过量的乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)，调整溶液 pH 为 5.5~6.0，使铝、铜、锌、铅、铁、镍、钛等离子与 EDTA 完全络合，加入焦性没食子酸消除锡的干扰，铝与 EDTA 形成中等强度的络合物，以二甲酚橙作指示剂，用乙酸锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA，加入氟化钠，用乙酸锌标准滴定溶液滴定释放出的 EDTA，根据消耗的乙酸锌标准滴定溶液的体积计算三氧化二铝的含量。

3.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 过氧化钠。

3.2.2 氢氧化钠。

3.2.3 焦性没食子酸。

3.2.4 盐酸(1+1)。

3.2.5 冰乙酸($\rho=1.05\text{ g/mL}$)。

3.2.6 氨水(1+1)。

3.2.7 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.2.8 氟化钠饱和溶液。

3.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 为 5.5~6.0)：称取 200 g 结晶乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 或 121 g 无水乙酸钠)溶解于 300 mL 水中，加入 10 mL 冰乙酸(3.2.5)，用水稀释至 1 L。

3.2.10 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(30 g/L)：称取 30 g 乙二胺四乙酸二钠($\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 500 mL 烧杯中，用 300 mL 水溶解，用水稀释至 1 L。

3.2.11 三氧化二铝标准溶液：称取 0.264 6 g 纯铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 60 mL 盐酸(3.2.4)，盖上表面皿，低温加热溶解完全，冷却，移入 1 L 容量瓶中，补加 40 mL 盐酸(3.2.4)，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 0.5 mg 三氧化二铝。

3.2.12 乙酸锌溶液(10 g/L)：称取 50 g 乙酸锌($\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 500 mL 烧杯中，用 300 mL 水溶解，用冰乙酸(3.2.5)调 pH，使 pH 为 5.5~6.0，用水稀释至 5 L，混匀。

3.2.13 乙酸锌标准滴定溶液($c(\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \approx 0.01\text{ mol/L}$)

3.2.13.1 配制：称取 12.3 g 乙酸锌($\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 250 mL 烧杯中，用 100 mL 水溶解，用冰乙酸(3.2.5)调整 pH，使 pH 为 5.5~6.0，用水稀释至 5 L，混匀。

铜精矿化学分析方法 第 17 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 胶束增溶光度法和沉淀分离- 氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法

1 范围

GB/T 3884 的本部分规定了铜精矿中三氧化二铝含量的测定方法。

本部分适用于铜精矿中三氧化二铝含量的测定。方法 1 的测定范围为 0.20%~1.00%；方法 2 的测定范围为 >1.00%~5.00%。

2 方法 1 铬天青 S 胶束增溶光度法

2.1 方法提要

试料用氢氧化钠和过氧化钠熔融，用水浸取熔融物，其中绝大部分铜、铁、镍、钙、镁、铅、钛等以沉淀形式过滤除去。分别用硫脲、抗坏血酸掩蔽残存的铜、铁，用盐酸羟胺消除钒的干扰，在 pH 为 5.8~6.3 的乙酸-乙酸铵缓冲溶液中，铝与铬天青 S-非离子表面活性剂聚乙醇辛基苯基醚(乳化剂 OP)形成绿色三元络合物，于分光光度计波长 610 nm 处，用 1 cm 比色皿测量其吸光度，用标准曲线法计算三氧化二铝的含量。

2.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 过氧化钠。

2.2.2 氢氧化钠。

2.2.3 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

2.2.4 盐酸(1+1)。

2.2.5 盐酸(1+5)。

2.2.6 盐酸(1+19)。

2.2.7 盐酸(1+119)。

2.2.8 氨水(1+6)。

2.2.9 氨水(1+139)。

2.2.10 硫脲(30 g/L)。

2.2.11 抗坏血酸溶液(10 g/L)。现用现配。

2.2.12 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。现用现配。

2.2.13 铬天青 S 溶液(1 g/L)：称取 0.2 g 铬天青溶于 200 mL 乙醇(1+1)中。

2.2.14 聚乙醇辛基苯基醚(乳化剂 OP)溶液(2+998)。

2.2.15 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH 为 6.3)：将 485 mL 乙酸铵溶液(4 mol/L)与 15 mL 乙酸溶液(4 mol/L)混合(在配制乙酸铵溶液(4 mol/L)时应调节 pH 为 7)。

2.2.16 百里香酚蓝(麝香草酚蓝)溶液(1 g/L)：称取 0.1 g 百里香酚蓝(麝香草酚蓝)溶于 100 mL 乙醇